

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-033225
(43)Date of publication of application : 20.02.1985

(51)Int.CI.

C03B 37/018
C03C 17/02
// G02B 6/00

(21)Application number : 58-140223
(22)Date of filing : 30.07.1983

(71)Applicant : DAINICHI NIPPON CABLES LTD
(72)Inventor : OMAE TOSHIKAZU
KIKUKAWA YOSHINORI

(54) PREPARATION OF BASE MATERIAL FOR OPTICAL FIBER

(57)Abstract:

PURPOSE: To prepare a base material for optical fiber having low OH ion content by inserting a quartz glass rod into a specified quartz glass tube after removing the surface layer of said quartz glass rod with HF soln., and modifying the parts of the rod and the tube to be bonded by fusion, by heating to unite the rod and the tube to form one body. CONSTITUTION: A quartz glass rod prep'd. by the vapor epitaxial deposition process is drawn to 0.25W0.5 times diameter, and is treated with HF soln. having 20W30wt% concn. to remove the surface layer of the glass rod by 50W100μ. The rod is inserted into a quartz glass tube having a layer of quartz glass contg. dopant on its inside wall deposited to the inside wall by chemical vapor deposition process, and inert gas such as rare gas is fed to the space between the tube and the rod. The external peripheral surface of the tube is heated uniformly at 1,200W1,400° C to modify the parts of the rod and the tube to be bonded by fusion. Then, the tube is heated at 1,900W2,300° C to fuse the tube and the rod and thus form one body. The base material for the optical fiber is prep'd. in this way.

LEGAL STATUS

- [Date of request for examination]
- [Date of sending the examiner's decision of rejection]
- [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
- [Date of final disposal for application]
- [Patent number]
- [Date of registration]
- [Number of appeal against examiner's decision of rejection]
- [Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
- [Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

⑩ 日本国特許庁 (JP)
 ⑪ 特許出願公開
 ⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-33225

⑬ 公開 昭和60年(1985)2月20日

⑭ 審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ Int.C1.
 C 03 B 37/018
 C 03 C 17/02
 // G 02 B 6/00

識別記号 厅内整理番号

6602-4G
 8017-4G
 7370-2H

⑯ 発明の名称 光ファイバ母材の製造法

⑰ 特願 昭58-140223

⑱ 出願 昭58(1983)7月30日

⑲ 発明者 須前 俊和 伊丹市池尻4丁目3番地 大日本電線株式会社伊丹工場
 内

⑳ 発明者 菊川 良宣 伊丹市池尻4丁目3番地 大日本電線株式会社伊丹工場
 内

㉑ 出願人 大日本電線株式会社

㉒ 代理人 弁理士 藤本 勉

尼崎市東向島西之町8番地

特許請求の範囲第1項記載の要旨。

1 発明の範囲を説明

1 技術分野

本発明は、ファイバロッドの表面を除去すること及びロッドとナユーブの接觸部を父性処理することを特徴とする、ロッド・イン・ナユーブに属する光ファイバ母材の製造法に属し、OHイオン含有率の少ない母材を提供するものである。

2 背景技術

石英系光ファイバにおいて、長さ1.3mmの光を伝送する場合OHイオン含有率が問題となる。これを伝送する場合OHイオン含有率の低いことが強く求められるためOHイオン含有率の低いことが強調される。一方、光ファイバ全体としては、外壁、被覆等による反射損失や散乱損失の少ないこととも必要な条件である。

従来、ナユーブ内にロッドを嵌てんし凹面下に両者を融合一体化せしめて光ファイバ母材を形成するロッド・イン・ナユーブ(RT)法が知られている(特公昭41-11071号公報)。

B1

明細書

1 项の名称

光ファイバ母材の製造法

2 特許請求の範囲

1 気相抽引方式で作型した石英系ガラスロッドをフッ酸浴液で処理してその表面を除去する第1工程、得られた処理ロッドを、内付ケ化成の気相沈殿方式で形成したドーピント含有石英ガラス層を内壁に有する石英ホーラスナユーブ内に嵌てんし、当該ロッドとナユーブとの間に形成された空隙に不活性ガスを充満しつつ加熱して当該ロッドとナユーブの接觸部を父性処理する第2工程、及び父性被覆層を父性処理する第3工程からなる光ファイバ母材の製造法。

2 石英系ガラスロッドが、気相抽引方式で作型したのら125~Q5倍径に延伸したものである特許請求の範囲第1項記載の製造法。

3 不活性ガスが、純度ガス又は高純度ガスである

14 開始 GU- 33225 (2)

の力は、製造効率、抜取り、得られる品質の寸
度精度、コテ部の低偏心性などの点ですぐれている
が、気泡や異物をその接着界面に残存させやす
い欠点を有している。他方、石英ガラス棒の轴方
向にガラス底版酸化物エートを順次堆積させ、C
これを酸素蒸バーナなどによって加熱し、焼結させ
て透明ガラス管とする外相軸付け（VAD：Vapor
Phase Axial Deposition）方式も知られている（
特許公報54-第一第35217号公報）。しかし、得
られた透明ガラス管は、OHイオン含有率の点で十
分に満足できるものではない。

山西明心寺

本発明者は、上記したRT法及びVAD方式で得たガラス母の欠点を克服し、界面欠陥がなく、かつ、OHイオン含有率の少ない光ファイバ母材を得るために試験研究を重ねた結果、その目的を達成しうる方法を見出し、本発明をなすに至つた。

すを大々。一発明は、以相軸付け方式で作製した
大石英系ガラスロッドをフッ酸ガラスで処理してそ
の表面を~~除~~^去する第1工程、得られた処理ロッドを、

内付け化成の気相化方式で形成したドーナツ
含有石英ガラス層を内壁に有する石英系ガラスナ
ーブ内に置てんし、当該ロッドとナープとの
間に形成された空隙に不活性ガスを供給しつつ加
熱して当該ロッドとナープの被膜着脱を実現し
てある第2工程及び次にされた当該ロッドとナ
ープとを加熱下に被膜着一体化する第3工程から
なるナフアイバ母材の充填性を提供するものである。

従来、ナユーブ内に嵌てんするガラス口
ソードをその嵌てん前にフツの板を磨いて處理するこ
と及びロッドとナユーブの被覆着剤を互生處理する
ことは知られていた（特開昭55-2590434
号公報）。

しかし、そのファン盤面底にエラスチックロッドに付着する汚れを取りるためにロッドの表面を洗浄することを目的とするものであつた。すなから、ロッドの表面を取除くための処理ではなかつた。むしろ、内部への侵入力が強いフッ化水素ガスでロッドを処理したときには、板厚 1.3 mm の状態でに対する透過率の低下する場合が多くあり、したが

つて、ツツ腕客液による処理の場合にも、内臓に
まで及ぶ処理は好ましくないと考えられていた。
また、上記の公報において提案されているロッ
ドとナユーズの共生処理は、酸素ガスとともに竹
硫カ処理剤を用いるものである。そこで、むし
ろ、当該処理剤を併用しない酸素ガスのみによ
る、当該処理剤を併用しない酸素ガスのみによ
る、好結果が得られないとして排斥されてい
る。

太発行……これらの企案好ましくないとされて
いた技術を組合せて應用したものであり。その古
い技術の発明者である。

IV 显示与启示

(第 1 工 程)

又光明の第1工程は、気相焼付け方式で作製した石英系ガラスロッドをフッ酸浴液で処理し、当該ロッドの表面を除去する工程である。これにより、OHイオンによる吸収が失われるといふOHイオンに起因する影響の少ないコク風を形成するための石英系ガラスロッドを得ることができる。用いるフッ酸浴液は水浴液で十分であり、その濃度は

規定するものではないが塔板の取扱い性、処理操作性、効率などとの点で 10—50 重量%、かんづく 20—30 重量% が適当である。処理操作は、ラッピング塔板中に当該ロッドを接着する方式が最も有利である。作業後、紫雲母の副細胞などの点で有利である。この處理により除去する当該ロッドの表面は、30—150 μ m、かんづく 50—100 μ m で十分である。この處理の効果となる石英系ガラスロッドは、気相抽出付け方まで作業されたものであり、これは純石英ガラスよりはついていてもよいし、屈折率を変化させるために 1 種又は 2 種以上のドーピントを含むするものであつてもよい。そのドーピントとしては、例えば P₂O₅、GeO₂、TeO₃、Sb₂O₃、Tl₂O₃、Al₂O₃、T₂O₃、Nb₂O₅、B₂O₃、F などをあげることができる。また、削りロッドは、最終目的の光ファイバーにおけるコアとなる部分のみからなるものであつてもよいし、その外周にクラシカルな部分を有するものであつてもよい。さらに、ステップ型光ファイバーを有するものであつてもよいし、グレーディド型光ファイバーを有するものであつてもよい。

新開啓 6.0 - 13225 (3)

(五〇工程)

第2工程は、第1工盤で得た処理ロッドを、内
外の化学的気相沈着方式で形成したドーバント合
成石英ガラス膜を内壁に有する石英蒸ガラスナユ
ーブ内に封てんし、当該ロッドとナユーブとの間
に形成された二段に不活性ガスを供給しつつ加熱
して当該ロッドとナユーブの並列部分を活性処理
する工程である。この活性処理により、その界面
に放電損失や放電損失の原因となる気泡などの欠
陥をほとんど残存させておらず、当該ロッドとナユ
ーブをほとんど残存させておらず、当該ロッドとナユ

では、酸素ガス又はヘリウムガス、ネオンガス、アルコンガスのような惰ガスをあげることができる。

お手伝いすることができます。

文件処理は、当該ロット及びチューブのことで、且
画面を更新するのみで十分に効果がある。この所

特開昭60-33225(4)

基板面は、不活性ガスの圧力、流量などによって決定され、圧力が高いほど、流量が多いほど短い傾向にある。その圧力が500~1000Pa/Hr、流量が50~2000ml/minの下で上記した加熱源駆動方式を適用した場合、通常1~20回程度上記した移動速度の範囲内で往復運動させることにより、変性処理を行うことができる。変性処理が終ると、次の第3工程に移る。

(第3工程)

第3工程は、変性処理された当該ロンドとナユーブとを加熱して接着一体化させ、光ファイバ母材の形成とする工程である。本発明においてこの工程は、公知の方式により進めることができる。例えば、当該ロンドとナユーブを両者の中心軸が一致するよう配列し、同期回転させながら脱水素バーナなどを用いて、当該ナユーブを1900~2300°C程度に加熱し、熱と炎圧でナユーブを覆し、両者を融合密着せしめて一体化することにより行うことができる。

得られた光ファイバ母材からは、前述した

がつて光ファイバを作製することができる。すなわち、例えば当該母材を電気炉などを用いて約2000°C程度に加熱し、10~100mm/minほどの速度で吸引し、外径50~200μmほどの光ファイバとする。

▼発明の利点

本発明によれば、フッ酸蒸気で処理して得たOHイオンによる吸収損失のかため少ない石英ガラスロッドを、表面欠陥のほとんない石英に石英系ガラスナユーブで被覆設置することができる。そして、得られた母材よりOHイオンによる吸収損失、気泡、生物等による疵跡消失、吸収損失の著しく少ない光ファイバを得ることができ、したがつて、波長が1.3μm及びその付近の光を伝送するファイバを得るための方法として好適である。

▼実施例、比較例

参考例1

(VAD法によるグレーテンド型ロンドの作製)

同心五重管バーナを用い、中心部の第1層よりSiCl₄:150ml/min, GeCl₄:20ml/min, POCl₃:5ml/min

Ar:500ml/min, 第2層よりSiCl₄:50ml/min, Ar:200ml/min 中間の第3層よりH₂:4l/min, 第4層よりAr:18l/minそして最外層の第5層よりO₂:6l/minの条件で原料ガスを供給し、大気加水分解反応方式により生成させたエートを種地の先端に堆積成長させて、直徑60μm、長さ200μmの多孔質母材を調製した。

ついで、電気炉を用いて前記の多孔質母材を、脱水剤として塩素ガスを2モル%含有するヘリウムガスを約10l/minの割合で供給しながら1600°Cに加熱し、200°C/時間の速度で焼結して透明ガラス体とし、ドーベントとしてGeを含有する直徑20μm、長さ100μm、屈折率(n_D²⁰)1.465のグレーテンド型石英系ガラスロンドを得た。

参考例2

(VAD法による擬似ステップ型ロンドの作製)

第1層よりSiCl₄:200ml/min, GeCl₄:20ml/min, POCl₃:5ml/min, Ar:500ml/min, 第2層よりAr:200ml/min, 第3層よりH₂:4l/min, 第4層よりAr:18l/min, 第5層よりO₂:6l/minの条件で原料ガスを供給し

たはかね参考例1と同様にしてGe(ドーベント)を含有する直徑18μm、長さ100μm、屈折率(n_D²⁰)1.465の擬似ステップ型石英系ガラスロンドを得た。

参考例3

(内付CVDF層付ナユーブの作製)

外径20μm、厚さ1.5μm、屈折率(n_D²⁰)1.452の石英ガラスナユーブ内に、O₂(800ml/min), CCl₄F(200ml/min)を供給し、脱水素バーナを150°C/minの割合で燃焼させながら塩ナユーブを1200°Cに加熱し、その内面を予め処理したのち、ナユーブ内にSiCl₄:240ml/min, SiF₄:30ml/min, GeCl₄:30ml/min, POCl₃:10ml/min及びO₂:1000ml/minの条件で各原料ガスを供給し、細ぶきバーナを150°C/minの割合で燃焼させつつ1800°Cに加熱し、化学的気相沈着方式によるGe, F, Pをドーベントとして含むし、屈折率(n_D²⁰)1.450、直徑1.6μmの内付CVDF層を有する石英系ガラスナユーブを得た。

参考例4

特開昭60-33225(5)

原料ガスとして SiCl_4 (240 ml/分), BF_3 (150 ml/分) を用い、加熱温度を 1500 ℃としたにかねて実験例 3 と同様にしては、F をドーバントとして合付し、屈折率 (nD) 1.440、厚さ 1.6 mm の内付 CVD 潟を有する石英不ガラスチューブを得た。

実験例 1

実験例 1 と同様にして得たグレーデッド型ロッドを酸素ガスバーナで約 2000 ℃に加熱し、これを延伸して直径が 10 mm (0.5 倍径) のロッドとしたのち、これを 25 重量% フッ酸水溶液 (室温) 中に 2 時間浸漬し、その表面約 50 μm を除去した。

次にこの処理ロッドを実験例 3 と同様にして母材ナチューブに同心的に巻てんし、ロッドとナチューブを 80 L/min. で同期的に軸回転させながら、酸素ガス (室温で 760 ml/Hr.) を 900 ml/min の速度でロッドとナチューブとの間に形成された空間に通風供給するとともに、酸素ガスバーナを 150 mm/min の速度でナチューブに平行に 5 回反復運動させて外部よりナチューブとロッドを加熱し、変性処理を

行つた。なお、変性処理温度に、ナチューブ外表面において 1600 ℃ (赤外線温度計) であつた。

ついで、変性処理後さらにロッドとの同期回転を続けるナチューブを酸素ガスバーナを用いて約 2200 ℃に加熱して焼し、ロッドとナチューブとを融着一体化させて外径 13 mm (コア径 10 mm) の一次母材を得、これを石英パイプで被覆して外径 25 mm の光ファイバ出材を得た。

この母材を銀板炉により 2100 ℃に加熱しながら 60 ml/min の速度で張引きし、コア径 50 μm、クラッド層 10 μm、外径 125 μm の光ファイバとした。

得られた光ファイバの損失特性は、表のとおりであつた。左記 - 放電損失値は入力表示値による損失特性曲線における波長 0.7 - 1.1 μm 間の直線傾きを波長幅最大にて外挿して得たものであり、波長に依存しない損失値 (放電損失、放電損失) として評価される。また、波長 0.95 μm の光の損失値 (dB/km) はとくにそのままの数値がコア部に与ける OH 基含率 (ppm) として評価すること

ができる。

この結果より、OH イオンによる吸収損失、気泡、異物等による放電損失、放電損失が著しく少ないことがわかる。

比較例 1

フッ酸水溶液で処理しないほかは実験例 1 と同様にして、コア径 50 μm、クラッド層 10 μm、外径 125 μm の光ファイバを得た。その損失特性は表のとおりであつた。この結果より、OH イオンによる吸収損失の多いことがわかる。

比較例 2

フッ酸水溶液でロッドを表面洗浄 (浸漬時間 10 秒、除水層の厚さ 3 mm 以下) したほか、実験例 1 と同様にしてコア径 50 μm、クラッド層 10 μm、外径 125 μm の光ファイバを得た。その損失特性は表のとおりであつた。

比較例 3

変性処理を施さないほかは実験例 1 と同様にしてコア径 50 μm、クラッド層 10 μm、外径 125 μm の光ファイバを得た。その損失特性は表のと

おりであつた。この結果より、放電損失、放電損失の多いことがわかる。

実験例 2

フッ酸水溶液による除去層を 150 μm としたほかは実験例 1 と同様にして、コア径 50 μm、クラッド層 10 μm、外径 125 μm の光ファイバを得た。その損失特性は表のとおりであつた。

実験例 3

ロッドを延伸処理せず、外径 28 mm、内皮 1.5 mm、内付 CVD 潟 1.5 mm のナチューブを用いたにかねて実験例 1 と同様の条件でコア径 100 μm、クラッド層 8 μm、外径 150 μm の光ファイバを得た。その損失特性は表のとおりであつた。

比較例 4

内壁に CVD 潟を有しないナチューブを用いたにかねて実験例 1 と同様にして、コア径 50 μm、外径 125 μm の光ファイバを得た。その損失特性は表のとおりであつた。

実験例 4

実験例 2 の相似ステップ型ロッドを 4.56 倍径

時間 08:00- 13:22 (6)

(直径 10 μm)に延伸して用いたばかり実験例1と同様にして(ノット径 50 μm、クラッド層 10 μm、外径 125 μm)の光ファイバを得た。その屈失特性を表に示した。

実験例 5

変性処理をヘリウムガス(1000 ml/分)、1800℃で行つたにかく実験例1と同様にして、同一寸法の光ファイバを得た。その屈失特性は表のとおりであつた。

実験例 6

実験例4で用いたサニープを用い、変性処理をアルゴンガス(800 ml/分)、1200℃で行つたにかく実験例1と同じ条件下同一寸法の光ファイバを得た。その屈失特性は表のとおりであつた。

(以下分白)

アーチ放電 による 屈失特性 (μm)	不活性 ガス (ml/min)	温度 (°C)	光ファイバの屈失特性		
			0.85 μm (dB/km)	0.95 μm (dB/km)	1.30 μm (dB/km)
1 50	0,	800	1600	24	17
2 150	0,	800	1600	28	20
3 50	0,	800	1600	30	20
4 50	0,	800	1600	25	21
例 5	H ₂	1000	1800	24	17
6 50	A _r	800	1200	25	19
7 1	-	0,	800	1600	25
8 2	3以下	0,	800	1600	24
9 3	50	-	-	-	15
10 50	0,	600	1600	48	40